



PATENTCHRIFT 146 210

Wirtschaftspatent

Ertelt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

11) 146 210 (44) 28.01.81 Int.Cl.³ 3(51) G 01 N 19/04
21) WP G 01 N / 215 035 (22) 17.08.79

-
- 71) siehe (72)
72) Reetz, Roland, Dipl.-Phys.; Bernhard, Fritz, Prof. Dr.
Dipl.-Ing.; Klose, Heinz, Dr. Dipl.-Phys.; Mertens, Axel, Dr.
Dipl.-Phys.; Zeißig, Dieter, Dipl.-Phys., DD
73) siehe (72)
74) VEB Werk für Fernsehelektronik, VEB Kombinat Mikroelektronik,
Büro für Schutzrechte und Lizenzen, 1160 Berlin,
Ostendstraße 1-5
-

- 54) Verfahren zur Haftfestigkeitsprüfung dünner Schichten auf
artfremden Substraten
-

(57) Die Erfindung betrifft ein Meßverfahren für die Haftfestigkeit dünner Schichten auf artfremden Substraten, die durch Aufdampfen, Bestäuben, Ionenplattieren, Besprühen u.ä. hergestellt werden. Es ist geeignet für die Untersuchung von in der Halbleitertechnik üblichen Metallschichten auf Halbleiter- oder Passivierungsschichten, aber auch z.B. für Metallschichten auf Glas, Farb- oder Lackschichten. Für die Messung der Haftfestigkeit wird das Substrat mit einer quellfähigen Zwischenschicht, die mit definierten Öffnungen versehen wird, abgedeckt. Die danach aufgebraachte dünne Schicht steht in den Lücken direkt mit dem Substrat in Verbindung. Durch ein Aufquellen der Zwischenschicht reißt die dünne Schicht in den Lücken vom Substrat ab, und zwar um so weiter je geringer die Haftfestigkeit ist. Damit wird die Bestimmung der Haftfestigkeit auf eine Längenmessung reduziert. Das Verfahren ist immer anwendbar, wenn die Reißfestigkeit der dünnen Schicht höher ist als die Haftfestigkeit.

-1- 215035

Titel der Erfindung _____

Verfahren zur *Haftfestigkeitsprüfung* ; dünner Schichten auf artfremden Substraten

5 Anwendungsgebiet der Erfindung

- Die Erfindung betrifft ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Haftfestigkeit dünner und dünnster Schichten, insbesondere von Metallschichten aus Aluminium, Gold, Silber, Nickel, Molybdän, Titan, Palladium u. a., die bei der
- 10 Herstellung optoelektronischer und mikroelektronischer Bauelemente auf Halbleiteroberflächen, beispielsweise Silizium, GaAs, GaP oder auf Passivierungsoberflächen, wie SiO_2 , Si_3N_4 , Polysilizium aufgebracht werden. Das Prüfverfahren kann auch in Bereichen in denen ähnliche
- 15 Schichtstrukturen, beispielsweise Aluminium auf Glas oder dünne Lackschichten auf eine Unterlage abgebracht werden, angewendet werden. Die Schichten können durch Aufdampfen, Bestäuben, Ionenplattieren oder Besprühen aufgebracht worden sein.

17. AUG. 1979 * 806492

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

- Zur Bestimmung der Haftfestigkeit (Bindekraft pro Fläche) sind eine Reihe von Verfahren bekannt. Bei der Abreißmethode wird auf ein Flächenstück der zu untersuchenden Schicht von definierter Größe ein Draht oder
- 5 eine spezielle Hilfsvorrichtung aufgelötet, aufgeschweißt oder aufgeklebt, beispielsweise mittels Epoxidharz und danach die Abreißkraft direkt und absolut mit üblichen Zugfestigkeitsprüfmaschinen gemessen.
- 10 Nachteile dieser Methode sind schwierige Realisierbarkeit bei sehr kleinen Testflächen und die mögliche Beeinflussung der Schichteigenschaften durch die Befestigung des Drahtes oder der Hilfsvorrichtung.
- Beim Kratztest, bei dem mittels geeigneter Hilfsmittel
- 15 unter definierten Bedingungen die zu testende Schicht angekratzt wird und das Ablösen der Schicht beobachtet wird, ist der hohe Grad von Subjektivität bei der Beurteilung und die Tatsache, daß nicht eine senkrecht wirkende Haftkraft, sondern eine Scherkraft bestimmt wird,
- 20 nachteilig.
- Die akustische Haftfestigkeitsprüfung besteht darin, daß das Ablösen der zu prüfenden Schicht in Abhängigkeit von der Intensität eines von der Substratseite her eingespeisten Ultraschallsignals beobachtet wird oder
- 25 die Ultraschalldurchlässigkeit, die von der Haftung der Schicht abhängt, aus dem auf der Schichtseite ankommenden Signal bestimmt wird.

Beim thermischen Prüfverfahren wird die von der Haftung abhängige Wärmeleitfähigkeit der Substrat-Schicht-Grenze durch thermooptische Hilfsmittel, wie Thermocolorfarben, Flüssigkristalle, oder thermoelektrisch mit Hilfe eines
5 Thermoelementes gemessen.

Nachteilig ist sowohl beim akustischen als auch beim thermischen Prüfverfahren, daß die Reproduzierbarkeit durch eine Reihe schwer zu bestimmender Randparameter, die Verluste bei der akustischen bzw. thermischen Ein-
10 und Auskopplung verursachen, nicht gewährleistet ist. Außerdem schließt die Beobachtung der Schichtablösung beim akustischen Verfahren eine hohe Subjektivität ein.

In der Anwendung auf die in der Mikroelektronik gebräuch-
liche Planartechnologie haben alle diese bekannten Ver-
fahren den Nachteil, daß sie nicht kompatibel zu den
15 übrigen Verfahrensschritten, sehr zeitaufwendig, teilweise zerstörend und mit hohem apparativen Aufwand verbunden sind.

Ziel der Erfindung

20 Ziel der Erfindung ist es, ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Haftfestigkeit dünner und dünnster Schichten zu entwickeln, das die geschilderten Nachteile vermeidet, insbesondere eine hohe Reproduzierbarkeit aufweist, subjektive Fehler weitgehend unterbindet und ohne negative
25 Beeinflussung der Substratmaterialien eine schnelle Messung erlaubt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Haftfestigkeit dünner Schichten ohne Schall- oder Temperaturkoppelung sowie mit in der Mikroelektronik gebräuchlichen Mitteln prüfen zu können.

Erfindungsgemäß wird die Haftfestigkeit dünner Schichten, die durch Aufdampfen, Bestäuben, Ionenplattieren, Besprühen oder anderen Verfahren auf Substraten aufgebracht werden sollen, mit Hilfe einer Zwischenschicht geprüft. Dazu wird die Substratoberfläche an ausgewählten Stellen vor der Beschichtung mit einer quellfähigen Zwischenschicht bedeckt, in der definierte Flächen der zu beschichtenden Substratoberfläche freigelassen sind und die unter dem Einfluß chemischer oder physikalischer Mittel ihre Dicke definiert vergrößert. Nach Aufbringen der dünnen Schicht auf die Zwischenschicht wird die Schichtdicke dieser Zwischenschicht vergrößert, so daß an den Rändern der freigelassenen Flächen eine senkrechte, nur von den Eigenschaften des quellenden Materials abhängenden Kraft wirkt, die mit der Bindekraft der dünnen Schicht konkurriert und zum teilweisen Abheben der dünnen Schicht führt. Dabei hebt sich diese dünne Schicht um so stärker ab, je geringer die Haftfestigkeit ist. An geeigneten Strukturen wird die Haftfestigkeit sichtbar, da der Grad des Abhebens davon abhängt, wo sich das Gleichgewicht zwischen Bindekraft und Vergleichskraft einstellt. Zweckmäßigerweise wird als Zwischenschicht ein quellfähiger Fotolack verwendet. Das Quellen der Zwischenschicht kann mit chemischen Mitteln, bei Fotolack beispielsweise mit Aceton, oder mit physikalischen Mitteln erreicht werden.

Die Strukturierung der Zwischenschicht erfolgt mit bekannten Mitteln, beispielsweise mittels fotolithographischen Verfahren.

5 Als Strukturen für die Zwischenschicht können flächenhafte Keile, verschieden breite Balken oder kreisförmige Strukturen unterschiedlichen Durchmessers gewählt werden. Das Verfahren liefert zunächst nur Relativwerte, was aber für die Optimierung eines Beschichtungsverfahrens im allgemeinen ausreicht. Wenn absolute Meßwerte
10 notwendig sind, ist eine Eichung durch Vergleich mit der Abreißmethode notwendig.

Ausführungsbeispiel

15 Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung zeigt

Fig. 1 - den Querschnitt einer Schichtstruktur

Fig. 2 - dieselbe Schichtenfolge nach dem Quellen

20 Zur Messung der Haftfestigkeit von Al-Schichten auf Si bzw. SiO_2 wird die Oberfläche des Substrats 1 mit einer Zwischenschicht 2 aus Positivlack (z. B. AZ 1350 h) bedeckt, die anschließend fotolithografisch mit keilförmigen Aussparungen versehen wird. Nach Auftragen der Al-Schicht 3 ergibt sich das in Fig. 1 dargestellte
25 Bild.

Bringt man den Positivlack 2 mit Aceton in Berührung, so quillt er auf und es vergrößert sich seine Dicke von d auf $d+\Delta d$ (Fig. 2). Dabei ändert sich die Länge des am Flächenstück S beteiligten Anteils der Al-Schicht 3,
30 insbesondere der vorher an den Oberflächen anliegenden

Phase von $l_1 = x + d$ auf $l_2 = \sqrt{(d + \Delta d)^2 + x^2}$. Dabei tritt in der Al-Schicht 3 eine Zugspannung auf, deren funktio-
neller Zusammenhang mit der Dehnung durch das Spannungs-
Dehnungs-Diagramm beschrieben wird.

- 5 Die Zugspannung führt zu einer im Haftpunkt A angreifen-
den Kraft F_z , deren senkrechte Komponente $F_z \sin \gamma$ zum
Abreißen der Schicht und zum Wandern des Haftpunktes in
Richtung wachsender x führt. Dabei nimmt die Kraft $F_z \sin \gamma$
mit kleiner werdendem γ , dabei gleichzeitig kleiner werden-
10 den Zugspannung ab, bis sie den Wert der Bindekraft erreicht
hat.

- Die endgültige Lage des Haftpunktes x_A ist, da bei gege-
benem $d, \Delta d$ und gegebener Dicke der Al-Schicht nur noch
von der Bindekraft abhängig, ein Maß für die Haftfestig-
15 keit der Schicht. Die Bestimmung von x_A erfolgt durch Län-
genmessung.

Die Erfindung ist überall da anwendbar, wo die Haftfestig-
keit geringer ist als die Zerreißfestigkeit G_{\max} der
Schicht.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur *Haftfestigkeitsprüfung* dünner
Schichten auf artfremden Substraten,
dadurch gekennzeichnet, daß
5 das zu beschichtende Substrat (1) mit einer lateral
strukturierten Zwischenschicht (2) abgedeckt wird,
danach die dünne Schicht (3) aufgebracht wird, an-
schließend durch Aufquellen der Zwischenschicht (2)
die dünne Schicht (3) abgehoben wird und das Abhe-
10 ben gemessen wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß
das Substrat (1) mit quellfähigem Fotolack als
Zwischenschicht (2) bedeckt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß
15 die Zwischenschicht (2) mit chemischen oder physika-
lischen Methoden aufgequollen wird.
4. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß
die Zwischenschicht (2) als flächenhafte Keile, ver-
20 schieden breite Balken oder kreisförmige Strukturen
unterschiedlichen Durchmessers strukturiert wird.
5. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet,
daß das Abheben der dünnen Schicht (3) über eine Län-
genmessung bestimmt wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen



